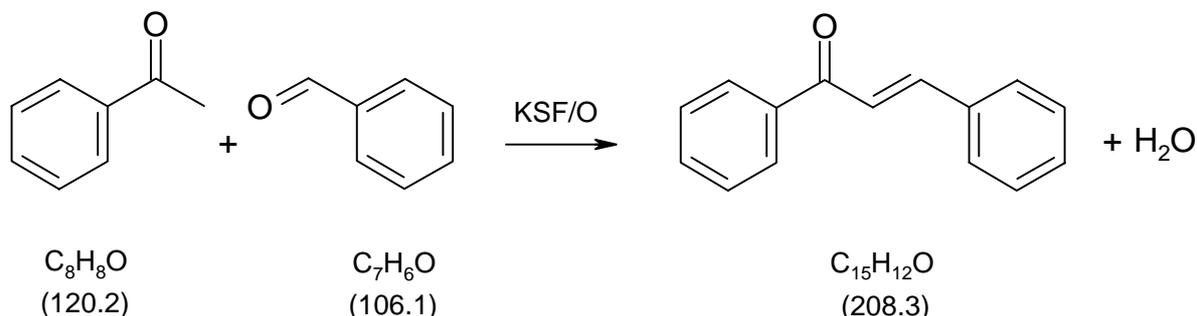


## 4013 Synthese von Benzalacetophenon aus Benzaldehyd und Acetophenon



### Klassifizierung

#### Reaktionstypen und Stoffklassen

Reaktion der Carbonylgruppe in Aldehyden, Aldol-Kondensation  
Aldehyd, Keton, Aromat, Säurekatalysator

#### Arbeitsmethoden

Rühren mit Magnetrührer, Destillieren unter vermindertem Druck, Heizen mit Ölbad

### Versuchsvorschrift (Ansatzgröße 10 mmol)

#### Geräte

10 mL Rundkolben, Rückflusskühler, heizbarer Magnetrührer, Magnetrührstab, elektronischer Temperaturregler, Kugelrohr- oder Feststoff-Destillationsapparatur, Vakuumpumpe, Ölbad

#### Chemikalien

Acetophenon (Sdp. 202 °C)	1.20 g (1.17 mL, 10.0 mmol)
Benzaldehyd (frisch destilliert) (Sdp. 179 °C)	2.12 g (2.02 mL, 20.0 mmol)
Montmorillonit KSF/O (Fluka)	1.0 g

#### Durchführung der Reaktion

In einem 10 mL Rundkolben mit Magnetrührstab und Rückflusskühler, der ohne Wasser als Luftkühler benutzt wird, werden 1.20 g (1.17 mL, 10.0 mmol) Acetophenon, 2.12 g (2.02 mL, 20.0 mmol) Benzaldehyd und 1.0 g Montmorillonit KSF/O unter Rühren im Ölbad auf 80 °C (Badtemperatur) aufgeheizt und bei dieser Temperatur 22 Stunden weitergerührt.

#### Aufarbeitung

Die Reaktionsmischung wird auf Raumtemperatur abgekühlt. In einer Kugelrohrdestillationsapparatur werden zunächst bei etwa 10 hPa die nicht umgesetzten Edukte abdestilliert und anschließend bei  $2.5 \cdot 10^{-2}$  hPa und 160 °C das Produkt.

Ausbeute: 1.77 g (8.50 mmol, 85%); gelber Feststoff, Schmp. 51-53 °C.

**Anmerkungen**

Ohne den Überschuss an Benzaldehyd ist die Ausbeute geringer. Weder eine Verlängerung der Reaktionszeit noch eine Erhöhung der Reaktionstemperatur führt zur quantitativen Umsetzung der Edukte. Bei einer Erhöhung der Reaktionstemperatur auf 100 °C werden mehr Nebenprodukte gebildet.

**Abfallbehandlung****Entsorgung**

Abfall	Entsorgung
abdestillierte Edukte	Lösungsmittel, halogenfrei
Destillationsrückstand	Feststoffabfall, quecksilberfrei

**Zeitbedarf**

3 Stunden

Zusätzlich 22 Stunden Erhitzen

**Unterbrechungsmöglichkeit**

Vor der Destillation

**Schwierigkeitsgrad**

Leicht

**Versuchsvorschrift (Ansatzgröße 100 mmol)****Geräte**

100 mL Rundkolben, Rückflusskühler, heizbarer Magnetprüher, Magnetprührstab, elektronischer Temperaturregler, Heißluftföhn, Feststoff-Destillationsapparat, Vakuumpumpe, Ölbad

**Chemikalien**

Acetophenon (Sdp. 202 °C)	12.0 g (11.7 mL, 100 mmol)
Benzaldehyd (frisch destilliert)(Sdp. 179 °C)	21.2 g (20.2 mL, 200 mmol)
Montmorillonit KSF/O (Fluka)	10 g

**Durchführung der Reaktion**

In einem 100 mL Rundkolben mit Magnetprührstab und Rückflusskühler, der ohne Wasser als Luftkühler benutzt wird, werden 12.0 g (11.7 mL, 100 mmol) Acetophenon, 21.2 g (20.2 mL, 200 mmol) Benzaldehyd und 10 g Montmorillonit KSF/O unter Rühren im Ölbad auf 80 °C (Badtemperatur) aufgeheizt und bei dieser Temperatur 24 Stunden weitergerührt.

**Aufarbeitung**

Die Reaktionsmischung wird auf Raumtemperatur abgekühlt. In einer Feststoff-Destillationsapparat werden zunächst bei etwa 10 hPa die nicht umgesetzten Edukte abdestilliert und anschließend bei  $9 \cdot 10^{-3}$  hPa und 175 °C Ölbadtemperatur das Produkt. Wenn bei der Destillation ein Wasserkühler verwendet wird, sollte das Wasser auf etwa 60 °C gehalten

werden. In der Destillationsapparatur eventuell auskristallisiertes Produkt wird mit einem Heißluftföhn wieder verflüssigt.

Ausbeute: 15.6 g (74.9 mmol, 75%); gelber Feststoff, Schmp. 52-54 °C.

### Anmerkungen

Ohne den Überschuss an Benzaldehyd ist die Ausbeute geringer. Weder eine Verlängerung der Reaktionszeit noch eine Erhöhung der Reaktionstemperatur führt zur quantitativen Umsetzung der Edukte. Bei einer Erhöhung der Reaktionstemperatur auf 100 °C werden mehr Nebenprodukte gebildet.

### Abfallbehandlung

#### Entsorgung

Abfall	Entsorgung
abdestillierte Edukte	Lösungsmittel, halogenfrei
Destillationsrückstand	Feststoffabfall, quecksilberfrei

### Zeitbedarf

5 Stunden

Zusätzlich 24 Stunden Erhitzen

### Unterbrechungsmöglichkeit

Vor der Destillation

### Schwierigkeitsgrad

Leicht

## Analytik

### Reaktionskontrolle mit GC

Probenvorbereitung:

Vom Reaktionsgemisch bzw. vom Produkt wird mit Hilfe einer Pasteurpipette ein Tropfen entnommen und mit 10 mL Dichlormethan verdünnt. Bei Feststoffen werden 10 mg in 10 mL Dichlormethan gelöst.

Von dieser Lösung werden 0.2 µL injiziert.

GC-Bedingungen:

Säule: DB-1, 28 m, Innendurchmesser 0.32 mm, Filmdicke 0.25 µm

Aufgabesystem: On-Column-Injektion

Trärgas: Wasserstoff (40 cm/s)

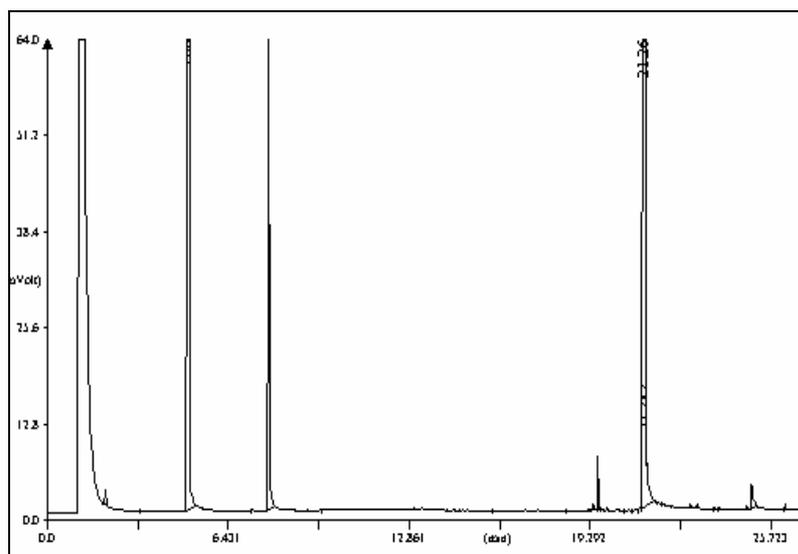
Ofentemperatur: 60 °C (5 min), 10 °C/min auf 240 °C (30 min)

Detektor: FID, 270 °C

Der Prozentgehalt wurde jeweils aus den Peakflächenverhältnissen bestimmt.

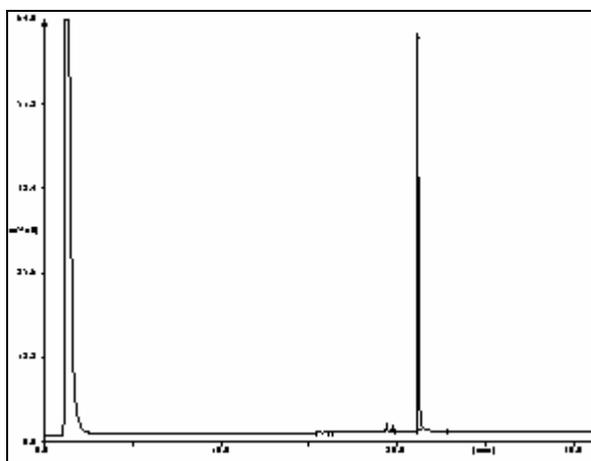
## GC vom Rohprodukt

GC-Bedingungen wie bei der Reaktionskontrolle

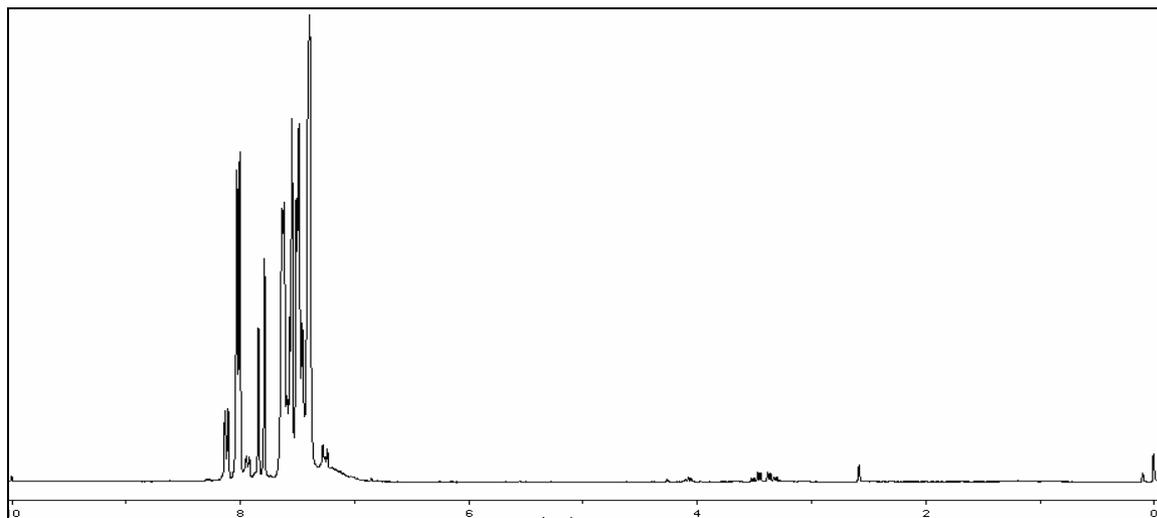
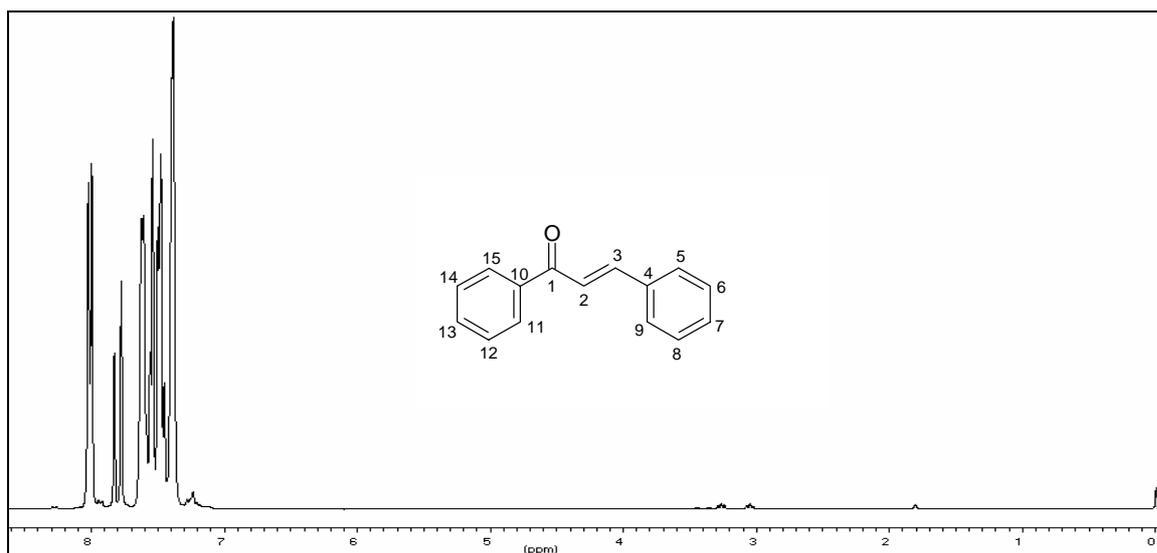


Retentionszeit (min)	Verbindung	Flächen-Prozent
5.06	Edukt (Benzaldehyd)	36.7
7.87	Edukt (Acetophenon)	8.3
21.35	Produkt (Benzalacetophenon)	54.3

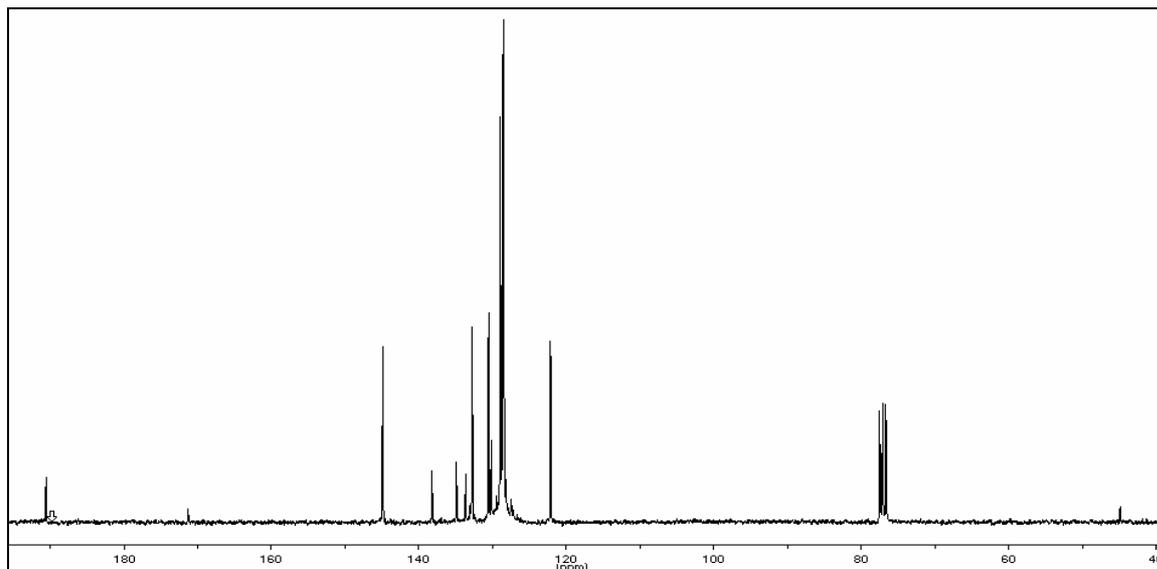
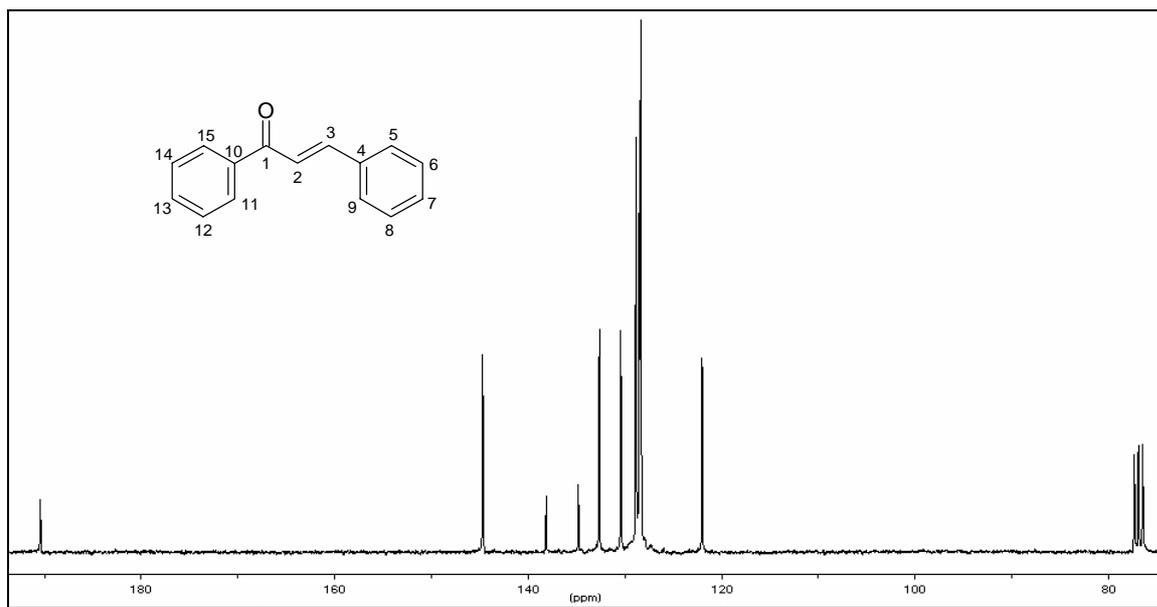
## GC vom Reinprodukt



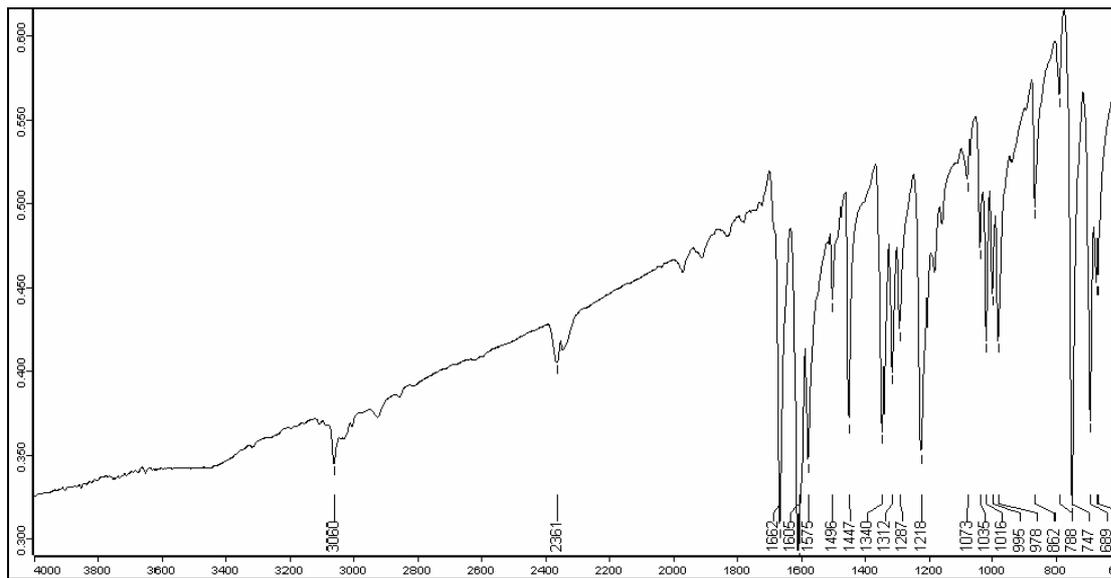
Retentionszeit (min)	Verbindung	Flächen-Prozent
21.17	Produkt (Benzalacetophenon)	97.2
19.39	Nebenprodukt	1.5
19.69	Nebenprodukt	1.3

**$^1\text{H}$  NMR-Spektrum vom Rohprodukt (300 MHz,  $\text{CDCl}_3$ )** **$^1\text{H}$  NMR-Spektrum vom Reinprodukt (300 MHz,  $\text{CDCl}_3$ )**

$\delta$ (ppm)	Multiplizität	Anzahl H	Zuordnung
7.38	m	3	6-H, 7-H, 8-H
7.47	m	2	12-H, 14-H
7.54	m	2	2-H, 13-H
7.61	m	2	5-H, 9-H
7.80	d	1	3-H
8.02	m	2	15-H, 11-H

**$^{13}\text{C}$  NMR-Spektrum vom Rohprodukt (75.5 MHz,  $\text{CDCl}_3$ )** **$^{13}\text{C}$  NMR-Spektrum vom Reinprodukt (75.5 MHz,  $\text{CDCl}_3$ )**

$\delta$ (ppm)	Zuordnung
190.4	C-1
144.7	C-3
138.1	C-10
134.8	C-4
132.7	C-13
130.4	C-7
128.9, 128.5, 128.4, 128.3	C-5, C-6, C-8, C-9, C-11, C-12, C-14, C-15
122.0	C-2
76.5-77.5	Lsgm.

**IR-Spektrum vom Reinprodukt (KBr)**cm<sup>-1</sup>

Wellenzahl (cm <sup>-1</sup> )	Zuordnung
3060	C-H-Valenz, Aromat, Alken
1662	C=O-Valenz, Keton
1605	C=C-Valenz, Aromat, Alken
1575, 1496	C=C-Valenz, Aromat